

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日                      2002年 8月26日  
Date of Application:

出願番号                      特願2002-245673  
Application Number:  
[ST. 10/C]:                      [JP 2002-245673]

出願人                      日本電気硝子株式会社  
Applicant(s):

2003年 7月31日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号    出証特2003-3061223



【書類名】 特許願

【整理番号】 02P00136

【提出日】 平成14年 8月26日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C03C 8/00

【発明者】

    【住所又は居所】 滋賀県大津市晴嵐二丁目 7 番 1 号 日本電気硝子株式会  
社内

    【氏名】 小松谷 俊介

【発明者】

    【住所又は居所】 滋賀県大津市晴嵐二丁目 7 番 1 号 日本電気硝子株式会  
社内

    【氏名】 大下 浩之

【発明者】

    【住所又は居所】 滋賀県大津市晴嵐二丁目 7 番 1 号 日本電気硝子株式会  
社内

    【氏名】 應治 雅彦

【発明者】

    【住所又は居所】 滋賀県大津市晴嵐二丁目 7 番 1 号 日本電気硝子株式会  
社内

    【氏名】 波多野 和夫

【特許出願人】

    【識別番号】 000232243

    【氏名又は名称】 日本電気硝子株式会社

    【代表者】 森 哲次

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 010559

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】	明細書	1
【物件名】	要約書	1
【プルーフの要否】	要	

**【 0 0 0 2 】****【従来の技術】**

プラズマディスプレイパネルは、自己発光型のフラットディスプレイであり、軽量薄型、高視野角等の優れた特性を備えており、また大画面化が可能であることから、最も将来性のある表示装置の一つとして注目されている。

**【 0 0 0 3 】**

プラズマディスプレイパネルの前面ガラス基板には、A g や C r - C u - C r からなるプラズマ放電用の走査電極が形成され、その上に放電維持のために約 3 0 ～ 4 0  $\mu$  m の透明な誘電体層が形成される。

**【 0 0 0 4 】**

一般に、プラズマディスプレイパネルの前面ガラス基板や背面ガラス基板には、ソーダライムガラスや高歪点ガラスが使用されており、ガラス基板への誘電体層の形成にあたっては、ガラス基板の変形を防止し、電極との反応を抑えるために、5 0 0 ～ 6 0 0  $^{\circ}$  C 程度の温度域で焼成する方法が採られている。それ故、誘電体材料には、ガラス基板の熱膨張係数に適合し、5 0 0 ～ 6 0 0  $^{\circ}$  C で焼成できる鉛を多く含有したガラス粉末が使用されている。また、誘電体層は、高い耐電圧を有すると共に、高い透明性を有する必要があるため、誘電体材料には、焼成時に泡が抜けやすいこと、例え、泡が残存する場合も大きな泡にならないことが求められている。

**【 0 0 0 5 】****【発明が解決しようとする課題】**

しかしながら、鉛を多く含有するガラス粉末を用いた誘電体材料は、一回の焼成で厚みが 3 0 ～ 4 0  $\mu$  m の誘電体層を形成すると、焼成時に泡が抜け難く、透明性が低下する傾向がある。また、脱泡しやすくするために、誘電体層の厚みを薄くして数回に分けて誘電体層を形成すると、焼成工程が増えることになりコストアップに繋がる。

**【 0 0 0 6 】**

そこで、本出願人は特開 2 0 0 0 - 2 5 6 0 3 9 号において、ガラス基板に適

【書類名】 明細書

【発明の名称】 プラズマディスプレイパネル用誘電体材料

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ガラス粉末 80～100 質量%と、セラミック粉末 0～20 質量%からなるプラズマディスプレイパネル用誘電体材料において、ガラス粉末が、質量百分率で、BaO 3～25%、ZnO 30～60%、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 15～35%、SiO<sub>2</sub> 3～20%、Li<sub>2</sub>O 0.2～6%、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0～1.5%の組成を有することを特徴とするプラズマディスプレイパネル用誘電体材料。

【請求項 2】 ガラス粉末が、PbOを実質的に含有しないことを特徴とする請求項 1 のプラズマディスプレイパネル用誘電体材料。

【請求項 3】 ガラス粉末が、BaO/(B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+SiO<sub>2</sub>) 0.1～0.8であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のプラズマディスプレイパネル用誘電体材料。

【請求項 4】 ガラス粉末の結晶化温度が、600～800℃であることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載のプラズマディスプレイパネル用誘電体材料。

【請求項 5】 ガラス粉末の粒度は、平均粒径D<sub>50</sub>が3.0 μm以下、最大粒径D<sub>max</sub>が20 μm以下であることを特徴とする請求項 1～4 のいずれかに記載のプラズマディスプレイパネル用誘電体材料。

【請求項 6】 600～800℃の結晶化温度を有するBaO-ZnO-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>系からなるガラス粉末を用いることを特徴とするプラズマディスプレイパネル用誘電体材料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明はプラズマディスプレイパネル用誘電体材料に関し、特に前面ガラス板上に形成される透明誘電体層の形成に用いられる誘電体材料に関するものである。

合する熱膨張係数を有し、一回の焼成で厚みが $30 \sim 40 \mu\text{m}$ の誘電体層を形成しても、焼成膜中に泡が残存しにくく、高い透過率を得ることが可能な $\text{BaO}-\text{ZnO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系ガラスを用いた誘電体材料を開示している。

#### 【0007】

しかしながら、上記材料は、泡が抜けやすく透明性に優れた誘電体層が得られるものの、ガラスと電極が反応して泡が発生し、発生した泡が電極近傍で成長して大泡として残存するという欠点があった。

#### 【0008】

本発明の目的は、前面ガラス基板に適合した熱膨張係数を有し、一回の焼成で厚みが $30 \sim 40 \mu\text{m}$ の誘電体層を形成しても、焼成膜中に泡が残存し難く、しかも、電極との反応を抑え、電極近傍で大泡が残存しない透明誘電体層を形成することが可能なプラズマディスプレイパネル用誘電体材料を提供することである。

#### 【0009】

##### 【課題を解決するための手段】

本発明者等は種々検討を行ったところ、プラズマディスプレイパネル用誘電体材料は $\text{B}_2\text{O}_3-\text{ZnO}$ 系のガラスにおいて、アルカリ金属成分を含有させることで、電極近傍での大泡の発生を抑制できることを見出し、本発明として提案するものである。

#### 【0010】

即ち、本発明のプラズマディスプレイパネル用誘電体材料は、ガラス粉末 $80 \sim 100$ 質量%と、セラミック粉末 $0 \sim 20$ 質量%からなるプラズマディスプレイパネル用誘電体材料において、ガラス粉末が、質量百分率で、 $\text{BaO}$   $3 \sim 25\%$ 、 $\text{ZnO}$   $30 \sim 60\%$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$   $15 \sim 35\%$ 、 $\text{SiO}_2$   $3 \sim 20\%$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$   $0.2 \sim 6\%$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$   $0 \sim 1.5\%$ の組成を有することを特徴とする。

#### 【0011】

また、本発明のプラズマディスプレイパネル用誘電体材料は、 $600 \sim 800$ ℃の結晶化温度を有する $\text{BaO}-\text{ZnO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ 系からなるガラス粉

末を用いることを特徴とする。

#### 【0012】

##### 【発明の実施の形態】

本発明のプラズマディスプレイパネル用誘電体材料において使用するガラス粉末は、ガラスの粘性変化を比較的緩やかにして、焼成膜中に泡が抜けやすい  $\text{BaO}-\text{ZnO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$  系ガラスを基本組成とする。更に、電極近傍での泡の発生、成長を抑えるために、 $\text{Li}_2\text{O}$  を必須成分として 0.2% 以上含有する。また、 $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$  のアルカリ金属成分を含量で 1% 以上含有すると、より泡の発生、成長を抑えることができる。

#### 【0013】

アルカリ金属成分は、電極成分である  $\text{Ag}$  や  $\text{Cu}$  のガラスへの溶け込みを減少させ、ガラスと電極との反応を抑制する。また、アルカリ金属成分を添加することで、結晶化傾向を有するガラスとなる。このためガラスと電極が反応して泡が発生した場合には、電極との反応部や泡が結晶の核になり、その周囲のみに微小な結晶が析出するため、電極近傍での泡の発生、成長を抑制すると考えられる。

#### 【0014】

尚、結晶化傾向を有するガラスを誘電体材料として使用すると、焼成中に結晶が析出して透明な焼成膜が得られなくなる等の問題が生じやすくなるが、本発明では、 $\text{BaO}$  と  $\text{SiO}_2$  を必須成分としてそれぞれ 3% 以上含有させることで、ガラスの結晶化温度を焼成温度域より高くなるようにしている。

#### 【0015】

ガラスの結晶化温度は  $600 \sim 800^\circ\text{C}$  であることが望ましく、ガラスの結晶化温度が低すぎると、焼成中に結晶が析出して透明な焼成膜が得られ難く、一方、結晶化温度が高すぎると、ガラスと電極との反応で発生した泡の成長を抑制しにくくなる。

#### 【0016】

以下に、ガラス粉末の組成を上記のように限定した理由を述べる。

#### 【0017】

$\text{BaO}$  は誘電体材料の焼成中にガラスが結晶化するのを防止する成分であり、

その含有量は3～25%、好ましくは5～20%である。BaOが3%より少ないと、焼成中に結晶が析出して、透明な焼成膜が得られなくなり、25%より多いと熱膨張係数が高くなり、ガラス基板のそれと適合しなくなる。

#### 【0018】

ZnOは軟化点を下げるとともに、熱膨張係数を低下させる成分であり、その含有量は30～60%、好ましくは35～55%、より好ましくは47～55%である。ZnOが30%より少ないと上記効果を得ることができず、60%より多いと焼成中に結晶が析出して透明な焼成膜が得られなくなる。

#### 【0019】

B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>はガラスの骨格を構成する成分であり、その含有量は15～35%、好ましくは17～33%である。B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が15%より少ないとガラス化が困難となる。一方、B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>が35%より多いと熱膨張係数が高くなりすぎ、ガラス基板のそれと適合しなくなる。

#### 【0020】

SiO<sub>2</sub>はガラスの骨格を形成する成分であり、その含有量は3～20%、好ましくは4～17%、より好ましくは4～9%である。SiO<sub>2</sub>が3%より少ないと焼成中に結晶が析出して、透明な焼成膜が得られなくなり、20%より多いと軟化点が高くなりすぎ600℃以下の温度で焼成することができなくなる。

#### 【0021】

Li<sub>2</sub>Oはガラスと電極との反応を抑えたり、電極近傍で発生した泡の成長を抑制する成分でもある。その含有量は0.2～6%、好ましくは0.5～5%である。Li<sub>2</sub>Oが0.2%より少ないと上記効果が十分に得られなくなる。一方、Li<sub>2</sub>Oが6%より多いと著しく結晶化温度が低下して焼成中に結晶が析出しやすくなり、透明な焼成膜が得られなくなる。

#### 【0022】

尚、Li<sub>2</sub>O単独の添加では結晶化温度が著しく低下する場合がある。この場合、Li<sub>2</sub>Oと同様にガラスと電極との反応を抑えたり、電極近傍で発生した泡の成長を抑制する成分であるNa<sub>2</sub>OやK<sub>2</sub>Oを併用することが望ましい。但し、Na<sub>2</sub>O、K<sub>2</sub>Oの含有量が多くなると結晶化温度が低下し、焼成中に結晶が析出



しやすくなり、透明な焼成膜が得られにくくなることが懸念されるため、含有量は、それぞれ6%以下に制限することが望ましい。また、アルカリ成分については $\text{Li}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 及び $\text{K}_2\text{O}$ の含量で、1～12%、特に2～10%であることが好ましい。含量で1%より少ないと、ガラスと電極との反応を抑えたり、電極近傍で発生した泡の成長を抑制する効果が得られ難くなる。一方、12%より多いと結晶化温度が低下し、透明な焼成膜が得られ難くなる。

#### 【0023】

$\text{Al}_2\text{O}_3$ は、誘電体材料の焼成中にガラスが結晶化するのを防止する成分である。その含有量は0～1.5%、好ましくは0～1%である。 $\text{Al}_2\text{O}_3$ の含有量が1.5%より多くなると軟化点が上昇して600℃以下で焼成できなくなるため好ましくない。

#### 【0024】

また、誘電体材料の焼成中にガラスが結晶化するのを防止するために、 $\text{BaO} / (\text{B}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2)$ の割合を0.1～0.8の範囲内にすることが望ましい。この割合が0.1より小さいと、誘電体材料として焼成する場合に、結晶が析出して透明な焼成膜が得られ難い。また、0.8より大きいと、誘電体材料の熱膨張係数が高くなり、ガラス基板のそれと適合し難くなる。より好ましい範囲は、0.15～0.6である。

#### 【0025】

また、上記成分の他にも、本発明の効果を損なわない範囲で他の成分を添加することができる。例えば、結晶化温度の低下を防止するために、 $\text{La}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ を、耐水性や耐薬品性を向上させるために $\text{MgO}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{SrO}$ 等のアルカリ土類金属酸化物や、 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 、 $\text{SnO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{Nb}_2\text{O}_5$ を、また、ガラス安定化のために $\text{P}_2\text{O}_5$ を添加してもよい。尚、他成分の添加量は含量で15%以下、好ましくは10%以下に制限すべきである。

#### 【0026】

本発明のプラズマディスプレイパネル用誘電体材料は、泡の発生の抑制や形状維持の目的で、上記ガラス粉末に加えてセラミック粉末を20%まで含有してもよい。セラミック粉末が20%より多いと可視光が散乱して透明な焼成膜を得る

ことが困難となる。好ましくは10%以下である。尚、セラミック粉末としては、例えばアルミナ、ジルコニア、ジルコン、チタニア、コージエライト、ムライト、シリカ、ウイレマイト、酸化錫、酸化亜鉛等を1種又は2種以上組み合わせで使用することができる。また、セラミック粉末の導入による誘電体層の透明性の低下を避けるために、セラミック粉末の一部または全部を球状にしてもよい。ここでいう球状とは、写真での状態観察において、粒子表面に角張った個所がなく、且つ粒子中心から表面全体の半径が $\pm 20\%$ 以内であるものをいう。また、セラミック粉末の平均粒径は $5.0\ \mu\text{m}$ 以下、最大粒径は $20\ \mu\text{m}$ 以下であることが望ましい。

#### 【0027】

本発明のプラズマディスプレイパネル用誘電体材料におけるガラス粉末の粒度は、平均粒径 $D_{50}$ が $3.0\ \mu\text{m}$ 以下、最大粒径 $D_{\text{max}}$ が $20\ \mu\text{m}$ 以下のものを使用することが望ましい。いずれか一方でもその上限を超えると、焼成膜中に大きな泡が残存しやすくなるためである。

#### 【0028】

次に、本発明のプラズマディスプレイパネル用誘電体材料の使用方法を説明する。本発明の材料は、例えばペーストやグリーンシートなどの形態で 사용할ことができる。

#### 【0029】

ペーストの形態で使用する場合、上述したガラス粉末と共に、熱可塑性樹脂、可塑剤、溶剤等を使用する。ペースト全体に占めるガラス粉末の割合としては、30～90質量%程度が一般的である。尚、セラミック粉末は必要に応じて使用する。

#### 【0030】

熱可塑性樹脂は、乾燥後の膜強度を高め、また柔軟性を付与する成分であり、その含有量は、0.1～20質量%程度が一般的である。熱可塑性樹脂としてはポリブチルメタアクリレート、ポリビニルブチラール、ポリメチルメタアクリレート、ポリエチルメタアクリレート、エチルセルロース等が使用可能であり、これらを単独あるいは混合して使用する。

**【0031】**

可塑剤は、乾燥速度をコントロールすると共に、乾燥膜に柔軟性を与える成分であり、その含有量は0～10質量%程度が一般的である。可塑剤としてはブチルベンジルフタレート、ジオクチルフタレート、ジイソオクチルフタレート、ジカプリルフタレート、ジブチルフタレート等が使用可能であり、これらを単独あるいは混合して使用する。

**【0032】**

溶剤は材料をペースト化するための材料であり、その含有量は10～30質量%程度が一般的である。溶剤としては、例えばターピネオール、ジエチレングリコールモノブチルエーテルアセテート、2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタジオールモノイソブチレート等を単独または混合して使用することができる。

**【0033】**

ペーストの作製は、ガラス粉末、セラミック粉末、熱可塑性樹脂、可塑剤、溶剤等を用意し、これを所定の割合で混練することにより行うことができる。

**【0034】**

このようなペーストを用いて、誘電体層を形成するには、まず、これらのペーストをスクリーン印刷法や一括コート法等を用いて塗布し、所定の膜厚の塗布層を形成した後、乾燥させる。その後、焼成することで所定の誘電体層を得ることができる。

**【0035】**

本発明の材料をグリーンシートの形態で使用する場合、上記ガラス粉末と共に、熱可塑性樹脂、可塑剤等を使用する。尚、セラミック粉末は必要に応じて添加する。

**【0036】**

ガラス粉末のグリーンシート中に占める割合は、60～80質量%程度が一般的である。

**【0037】**

熱可塑性樹脂及び可塑剤としては、上記ペーストの調製の際に用いられるのと同様の熱可塑性樹脂及び可塑剤を用いることができ、熱可塑性樹脂の混合割合と

しては、5～30質量％程度が一般的であり、可塑剤の混合割合としては、0～10質量％程度が一般的である。

#### 【0038】

グリーンシートを作製する一般的な方法としては、上記ガラス粉末、セラミック粉末、熱可塑性樹脂、可塑剤等とを用意し、これらにトルエン等の主溶媒や、イソプロピルアルコール等の補助溶媒を添加してスラリーとし、このスラリーをドクターブレード法によって、ポリエチレンテレフタレート（PET）等のフィルムの上にシート成形する。シート成形後、乾燥させることによって溶媒や溶剤を除去し、グリーンシートとすることができる。

#### 【0039】

以上のようにして得られたグリーンシートを、ガラス層を形成すべき箇所に熱圧着して塗布層を形成した後に、上述のペーストの場合と同様に焼成して誘電体層を得る。

#### 【0040】

上記の説明においては、誘電体方法として、ペーストまたはグリーンシートを用いた方法を例にして説明しているが、本発明のプラズマディスプレイパネル用誘電体材料は、これらの方法に限定されるものではなく、感光性ペースト法、感光性グリーンシート法などその他の形成方法にも適用され得る材料である。

#### 【0041】

##### 【実施例】

以下、実施例に基づいて本発明を説明する。

#### 【0042】

表1、2は、本発明の実施例（試料No. 1～8）及び比較例（試料No. 9～11）を示している。

#### 【0043】

【表1】

	実 施 例					
	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4	No. 5	No. 6
ガラス組成 (質量%)						
BaO	12	9	13	15	13	13
ZnO	50	52	47	45	48	48
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	24	26	25	30	27	27
SiO <sub>2</sub>	8	9	8	6	8	8
Li <sub>2</sub> O	3	2	2	2	2	2
Na <sub>2</sub> O	—	—	1	2	2	2
K <sub>2</sub> O	—	2	1	—	—	—
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1	—	1	—	—	—
TiO <sub>2</sub>	2	—	1	—	—	—
ZrO <sub>2</sub>	—	—	1	—	—	—
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	—	—	—	—
PbO	—	—	—	—	—	—
セラミック粉末 含有量 (質量%)	— —	— —	— —	— —	— —	アルミナ 10
軟化点 (°C)	553	557	556	564	562	567
結晶化温度 (°C)	620	623	620	630	626	628
熱膨張係数 ( $\times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ )	70.0	69.3	72.2	74.6	71.5	71.3
焼成温度 (°C)	560	560	560	570	570	570
膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	30	30	31	28	29	31
透過率 (%)	78	79	78	80	79	73
大泡の個数 (個)						
焼成膜	3	1	1	0	2	0
電極近傍	0	1	2	1	1	0

【0044】

【表 2】

	実 施 例		比 較 例		
	No. 7	No. 8	No. 9	No. 10	No. 11
ガラス組成 (質量%)					
BaO	11	11	1	9	28
ZnO	50	45	55	48	33
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	23	19	25	25	22
SiO <sub>2</sub>	7	12	11	10	7
Li <sub>2</sub> O	1	1	5	7	—
Na <sub>2</sub> O	3	3	3	—	—
K <sub>2</sub> O	—	—	—	—	—
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1	1	—	1	—
TiO <sub>2</sub>	—	—	—	—	—
ZrO <sub>2</sub>	1	—	—	—	—
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3	8	—	—	—
PbO	—	—	—	—	10
セラミック粉末 含有量 (質量%)	—	—	—	—	—
軟化点 (°C)	573	587	556	550	595
結晶化温度 (°C)	640	685	581	581	—
熱膨張係数 ( $\times 10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ )	72.4	70.3	65.0	68.2	77.0
焼成温度 (°C)	580	590	560	560	580
膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	30	31	30	31	32
透過率 (%)	78	78	67	65	80
大泡の個数 (個)					
焼成膜	2	0	1	3	2
電極近傍	0	1	2	1	10

## 【0045】

各試料は次のようにして調製した。まず表に示す組成となるように各種酸化物、炭酸塩等のガラス原料を調合し、均一に混合した後、白金坩堝に入れて1300°Cで2時間熔融した後、熔融ガラスを薄板状に成形した。次いでこれを粉砕し、分級して平均粒径D<sub>50</sub>が3.0  $\mu\text{m}$ 以下、最大粒径D<sub>max</sub>が20  $\mu\text{m}$ 以下のガラス粉末からなる試料を得て、ガラスの軟化点及び結晶化温度を測定した。更に、No. 6のガラス粉末については、No. 5のガラス粉末にアルミナ粉末を混

合して試料とした。尚、平均粒径 $D_{50}$ 及び最大粒径 $D_{max}$ は、レーザー回折式粒度分布計を用いて確認した。また、アルミナ粉末については、平均粒径が $1.0\ \mu\text{m}$ 、最大粒径 $10\ \mu\text{m}$ で、形状が球状のものを使用した。

#### 【0046】

得られた試料について熱膨張係数、焼成後の膜厚、 $550\ \text{nm}$ における分光透過率、焼成膜や電極近傍に残存する直径 $30\ \mu\text{m}$ 以上の大泡の個数を評価した。結果を表に示す。

#### 【0047】

表から明らかなように、実施例であるNo. 1～8は、ガラスの軟化点が $553\sim 587^\circ\text{C}$ で、結晶化温度が $620^\circ\text{C}\sim 685^\circ\text{C}$ であった。また、熱膨張係数は $69.3\sim 74.6\times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ 、焼成膜の膜厚は $28\sim 31\ \mu\text{m}$ 、 $550\ \text{nm}$ における透過率は73%以上の透明な膜が得られた。また、焼成膜に残存する大泡の数は3個以下、電極近傍に残存する大泡の数は2個以下と少なかった。

#### 【0048】

これに対し、比較例であるNo. 9、10は、結晶化温度が $581^\circ\text{C}$ と低いため、焼成中に結晶が析出して、透明な誘電体層が得られず、透過率は67%以下であった。また、No. 11はアルカリ金属成分を含有していないため、電極近傍での大泡の個数が10個と多かった。

#### 【0049】

尚、ガラスの軟化点及び結晶化温度はマクロ型示差熱分析計を用いて測定し、第四の変曲点の値を軟化点とし、発熱ピークを結晶化温度とした。熱膨張係数は、各試料を粉末プレス成型し、焼成した後、直径 $4\ \text{mm}$ 、長さ $40\ \text{mm}$ の円柱状に研磨加工し、JIS R3102に基づいて測定した後、 $30\sim 300^\circ\text{C}$ の温度範囲における値を求めた。焼成後の膜厚、透過率及び大泡の数は次のようにして測定した。まず、各試料をエチルセルロースの5%ターピネオール溶液に混合し、3本ロールミルにて混練してペースト化した。次いで、このペーストを、約 $30\ \mu\text{m}$ の焼成膜が得られるように、高歪点ガラス板（熱膨張係数： $83\times 10^{-7}/^\circ\text{C}$ ）上にスクリーン印刷法で塗布し、電気炉中に入れた後、表中の焼成温度で10分間保持した。このようにして得られた焼成膜をデジタルマイクロメータ

ーにて膜厚を測定した。透過率測定は、焼成膜の形成されたガラス板を試料側にセットし、積分球付き分光光度計を用いて 550 nm における透過率を測定した。焼成膜の大泡の個数は、焼成した膜表面を実体顕微鏡（30 倍）にて観察し、 $3 \times 4$  cm の範囲で  $30 \mu\text{m}$  以上の大泡をカウントした。また、電極近傍の大泡の個数は、Ag 電極（電極幅： $100 \mu\text{m}$ 、電極—電極間の距離： $500 \mu\text{m}$ ）が形成された高歪点ガラス上に上記と同様の方法で焼成膜を作製し、電極部を実体顕微鏡（30 倍）にて観察し、 $3 \times 4$  cm の範囲で  $30 \mu\text{m}$  以上の大泡をカウントした。

#### 【0050】

##### 【発明の効果】

以上説明したように、本発明のプラズマディスプレイパネル用誘電体材料は、ガラス基板に適合する熱膨張係数を有し、軟化点付近の温度で焼成しても泡が抜けやすく、しかも、電極との反応を抑え、電極近傍で大泡が生じにくいため、透明性に優れ、耐電圧の高い透明誘電体を得ることができる。

#### 【0051】

それ故、プラズマディスプレイパネルの誘電体材料として好適である。



【書類名】 要約書

【要約】

【目的】 前面ガラス基板に適合した熱膨張係数を有し、一回の焼成で厚みが  $30 \sim 40 \mu\text{m}$  の誘電体層を形成しても、焼成膜中に泡が残存し難く、しかも、電極との反応を抑え、電極近傍で大泡が残存しない透明誘電体層を形成することが可能なプラズマディスプレイパネル用誘電体材料を提供することである。

【構成】 本発明のプラズマディスプレイパネル用誘電体材料は、ガラス粉末  $80 \sim 100$  質量%と、セラミック粉末  $0 \sim 20$  質量%からなるプラズマディスプレイパネル用誘電体材料において、ガラス粉末が、質量百分率で、 $\text{BaO}$   $3 \sim 25\%$ 、 $\text{ZnO}$   $30 \sim 60\%$ 、 $\text{B}_2\text{O}_3$   $15 \sim 35\%$ 、 $\text{SiO}_2$   $3 \sim 20\%$ 、 $\text{Li}_2\text{O}$   $0.2 \sim 6\%$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$   $0 \sim 1.5\%$  の組成を有することを特徴とする。

【選択図】 なし



特願 2 0 0 2 - 2 4 5 6 7 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 2 3 2 2 4 3 ]

1 . 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 1 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

滋賀県大津市晴嵐 2 丁目 7 番 1 号

氏 名

日本電気硝子株式会社